

DIALOG(R)File 345:lnpadoc/Fam.& Legal Stat  
(c) 2004 EPO. All rts. reserv.

6103536

Basic Patent (No,Kind,Date): DE 3420039 A1 851212 <No. of Patents: 006>

**2,3-BIS(DIALKYLAMINOPHENYL)CHINOXALINE UND IHRE VERWENDUNG IN  
ELEKTROPHOTOGRAPHISCHEN AUFZEICHNUNGSMATERIALIEN**

(German)

Patent Assignee: HOECHST AG (DE)

Author (Inventor): PAWLOWSKI GEORG DR (DE)

IPC: \*C07D-241/42; G03G-005/06

CA Abstract No: \*104(26)234263F;

Derwent WPI Acc No: \*C 85-317581;

Language of Document: German

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applic No	Kind	Date	
DE 3420039	A1	851212	DE 3420039	A	840529	(BASIC)
DE 3562091	C0	880511	EP 85106442	A	850524	
EP 166230	A1	860102	EP 85106442	A	850524	
EP 166230	B1	880406	EP 85106442	A	850524	
<b>JP 60258169</b>	A2	851220	JP 85113333	A	850528	
US 4760006	A	880726	US 739024	A	850529	

Priority Data (No,Kind,Date):

DE 3420039 A 840529

## 2,3-BIS(DIALKYLAMINOPHENYL)QUINOXALINE AND ELECTRONIC PHOTOGRAPHY RECORDING MATERIAL

**Patent number:** JP60258169  
**Publication date:** 1985-12-20  
**Inventor:** GEORUKU PABUROFUSUKII  
**Applicant:** HOECHST AG  
**Classification:**  
- international: C07D241/42; C07D241/44; G03G5/06; G03G13/26; H01L21/30  
- european:  
**Application number:** JP19850113333 19850528  
**Priority number(s):** DE19843420039 19840529

### Also published as:



EP0166230 (A)  
US4760006 (A)  
DE3420039 (A)  
EP0166230 (B)

Abstract not available for JP60258169

Abstract of corresponding document: **US4760006**

Novel 2,3-bis(dialkylaminophenyl)quinoxalines of the general formula wherein R is alkyl having up to 4 carbon atoms, R1 is hydrogen or alkyl having up to 4 carbon atoms, R2 is the same as or different from R1 and is selected from the group consisting of alkyl and alkoxy having up to 4 carbon atoms, and R3 is the same as or different from R2 and is selected from the group consisting of hydrogen, alkyl and alkoxy having up to 4 carbon atoms. The compounds of the invention are useful as photoconductive substances in electrophotographic recording materials.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭60-258169

④Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	④公開 昭和60年(1985)12月20日
C 07 D 241/42		7166-4C	
241/44		7166-4C	
G 03 G 5/06	1 0 2	7124-2H	
13/26		7256-2H	
H 01 L 21/30		6603-5F	審査請求 未請求 発明の数 2 (全10頁)

⑤発明の名称 2, 3 - ビス (ジアルキルアミノフェニル) キノキサリン及び該化合物を含有する電子写真記録材料

⑥特 願 昭60-113333

⑦出 願 昭60(1985) 5月28日

優先権主張 ⑧1984年5月29日⑨西ドイツ(DE)⑩P3420039.8

⑪発 明 者 ゲオルク・バヴロフス ドイツ連邦共和国ヴイースバーデン・ブリューヒエルシュ  
キー トラーセ 48

⑫出 願 人 ヘキスト・アクチエン ドイツ連邦共和国フランクフルト・アム・マイン 80  
ゲゼルシャフト

⑬代 理 人 弁理士 矢野 敏雄 外1名

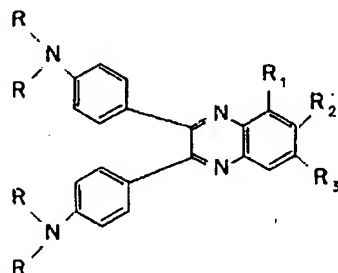
## 明 細 書

## 1 発 明 の 名 称

2, 3 - ビス (ジアルキルアミノフェニル)  
キノキサリン及び該化合物を含有する電子写  
真記録材料

## 2 特 許 請 求 の 範 囲

## 1. 一般式：



〔式中〕

R は炭素原子 4 個までを有するアルキルを  
表わし、

R<sub>1</sub> は水素又は炭素原子 4 個までを有するア  
ルキルを表わし、

R<sub>2</sub> は R<sub>1</sub> と同じか又は異なっていて、炭素  
原子 4 個までのアルキル又はアルコキシを表  
わし、

R<sub>3</sub> は R<sub>2</sub> と同じか又は異なっていて、水素、  
炭素原子 4 個までのアルキル又はアルコキシ  
を表わす〕の 2, 3 - ビス (ジアルキルアミ  
ノフェニル) キノキサリン。

## 2. R がメチル又はエチルを表わし、

R<sub>1</sub> が水素又はメチルを表わし、

R<sub>2</sub> がメチル、エチル、メトキシ又はエトキ  
シを表わしかつ

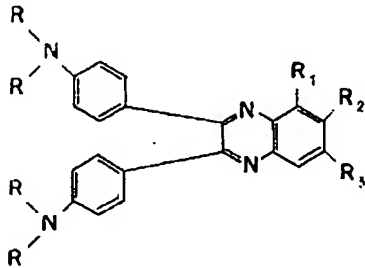
R<sub>3</sub> が水素、メチル又はメトキシを表わす特  
許請求の範囲第 1 項記載の化合物。

3. R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub> 及び R<sub>3</sub> が同じか又は異なってい  
て、水素、メチル、メトキシ又はエトキシを  
表わし、その際に R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub> 及び R<sub>3</sub> のうちの 2  
個以下が同時に水素、メチル、メトキシ又は  
エトキシを表わす特許請求の範囲第 1 項又は  
第 2 項記載の化合物。

## 4. 2, 3 - ビス (4'-ジエチルアミノフェニル)

ル) - 6 - メチルキノキサリン、2, 3 - ビス(4'-ジメチルアミノフェニル) - 6 - メチルキノキサリン、2, 3 - ビス(4'-ジメチルアミノフェニル) - 6 - エトキシキノキサリン又は2, 3 - ビス(4'-ジメチルアミノフェニル) - 6, 7 - ジメチルキノキサリンである特許請求の範囲第1項から第3項までのいずれか1項記載の化合物。

#### 5. 一般式:



〔式中〕

Rは炭素原子4個までを有するアルキルを表わし、

R<sub>1</sub>は水素又は炭素原子4個までを有するアルキルを表わし、

R<sub>2</sub>はR<sub>1</sub>と同じか又は異なっていて、炭素原子4個までのアルキル又はアルコキシを表わし、

R<sub>3</sub>はR<sub>2</sub>と同じか又は異なっていて、水素、炭素原子4個までのアルキル又はアルコキシを表わす)の2, 3 - ビス(ジアルキルアミノフェニル)キノキサリンを光導電性物質として含有する電子写真記録材料。

6. 2, 3 - ビス(ジアルキルアミノフェニル)キノキサリンをアルカリ可溶性結合剤及び増感染料と一緒に含有し、その際に光導電体の量が光導電性層に対して20～95重量%である特許請求の範囲第5項記載の電子写真記録材料。

7. 2, 3 - ビス(ジアルキルアミノフェニル)キノキサリンを他の有機又は無機の光導電体少なくとも1種と混合して成る特許請求の範囲第5項又は第6項記載の電子写真記録材料。

料。

### 3 発明の詳細な説明

#### 産業上の利用分野

本発明は、新規2, 3 - ビス(ジアルキルアミノフェニル)キノキサリン及び殊に平版印刷及びレジストに適用するための該化合物を光導電性物質として含有する電子写真記録材料に関する。

#### 従来の技術

キノキサリン誘導体を電子写真記録材料の光導電体として使用することは知られている(西ドイツ国特許第1254489号明細書=英国特許第1082935号明細書及び同第1004481号明細書)。しかしながらそこに記載されているキノキサリン誘導体による感光性は低過ぎて高度な要件を満足しない、それらのむしろ低い感光性により、この光導電体を含有する電子写真記録材料はレーザ露光にあまり好適ではない。それというのも層の露光区域と未露光区域との間の十分な電荷コントラストが得ら

れないからである。常用の光源を使う場合でも、これらの記録材料はあまり好適ではないことが判明する。それというのも長時間の強い露光の後でも残留電荷が不所望な程に高いからである。このことが、露光層区域が現像過程でトナー材料を受容し、その結果として得られた可視画像が低い鮮鋭性(crispness)及び貧弱な解像力を有する理由である。

#### 発明が解決しようとする問題点

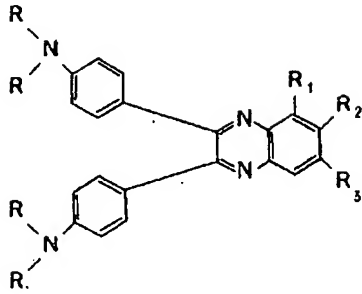
それ故、本発明の目的は、感光性及び画像コントラストの点でより一層有効である電子写真記録材料の光導電体を提供することである。

#### 問題点を解決するための手段

炭素環に1個又は数個のアルキル基又はアルコキシ基を含有するキノキサリン誘導体を光導電性物質として使用する場合に、低残留電位と高いコントラストの高度に感光性の電子写真記録材料が得られ、その際に暗所での放電又は印刷特性のような電子写真プロセスにとって適当である他の特性が損なわれないことが判明し

異的であつた。

本発明は、一般式：



〔式中〕

Rは炭素原子4個までを有するアルキルを表わし、

R<sub>1</sub>は水素又は炭素原子4個までを有するアルキルを表わし、

R<sub>2</sub>はR<sub>1</sub>と同じか又は異なつていて、炭素原子4個までのアルキル又はアルコキシを表わし、

R<sub>3</sub>はR<sub>2</sub>と同じか又は異なつていて、水素、炭素原子4個までのアルキル又はアルコキシを表わす〕の2,3-ビス(ジアルキルアミノフエニル)キノキサリンが優れている。

エニル)キノキサリンに関する。

更に、本発明は、本発明により生成した前記式の2,3-ビス(ジアルキルアミノフエニル)キノキサリンを光導電性物質として含有する、殊に平版印刷版又はレジスト材料用の電子写真記録材料に関し、その際に本発明によるキノキサリン誘導体を他の種類の有機又は無機光導電体及び常用の付加物と組合せて使用することもできる。

前記の一般式において、Rがメチル又はエチルを表わし、R<sub>1</sub>が水素又はメチルを表わし、R<sub>2</sub>がメチル、エチル、メトキシ又はエトキシを表わしかつR<sub>3</sub>が水素、メチル又はメトキシを表わす2,3-ビス(ジアルキルアミノフエニル)キノキサリンが優れている。

殊に優れているのは、前記の一般式中Rがメチル又はエチルを表わし、R<sub>1</sub>及びR<sub>3</sub>が水素又はメチルを表わしかつR<sub>2</sub>がメチル、メトキシ又はエトキシを表わす2,3-ビス(ジアルキルアミノフエニル)キノキサリンであり、例えば

次のものである：

2,3-ビス(4'-ジメチルアミノフエニル)-6-メチル-キノキサリン、mp.(融点)：163~164℃；

2,3-ビス(4'-ジメチルアミノフエニル)-6-メトキシ-キノキサリン、mp.：194~195℃；

2,3-ビス(4'-ジメチルアミノフエニル)-6-エトキシ-キノキサリン、mp.：179~181℃；

2,3-ビス(4'-ジメチルアミノフエニル)-5,6-ジメチル-キノキサリン、mp.：212~213℃；

2,3-ビス(4'-ジメチルアミノフエニル)-6,7-ジメチル-キノキサリン、mp.：196~197℃；

2,3-ビス(4'-ジエチルアミノフエニル)-6-メチル-キノキサリン、mp.：142~143.5℃；

2,3-ビス(4'-ジエチルアミノフエニル)

-6-メトキシ-キノキサリン、mp.：129~130.5℃；

2,3-ビス(4'-ジエチルアミノフエニル)-6-エトキシ-キノキサリン、mp.：112~113℃；

2,3-ビス(4'-ジエチルアミノフエニル)-5,6-ジメチル-キノキサリン、mp.：142~143℃；

2,3-ビス(4'-ジエチルアミノフエニル)-6,7-ジメチル-キノキサリン、mp.：126~128℃。

本発明のキノキサリンは新規である。その製造は原理的には公知である。例えば、相応するビス-ジアルキルアミノベンジンを相応するオ-フエニルジアミンと酸性プロトン溶剤中で、好適な場合には酸触媒を添加して反応させることにより生成することができる。<sup>ダブリュ・ボスト</sup>(W. Bost)及び<sup>イー・イー・タウエル</sup>(E. E. Towell)共著、<sup>ジャーナル・オブ・アメリカン・ケミカル・ソサエティ</sup>(J. Amer. Chem. Soc.) 70巻、903頁(1948年)参照。

4,4'-ビス-ジメチルアミノベンジルの4,

4'-ビス-ジエチルアミノベンジル、4,4'-ビス-ジプロピルアミノベンジル等のような適当に置換されているベンジルの方法により生成することができる〔(C. Tüzün) (M. Ogliaruso) 及び (E. I. Becker) 共著、("Org. Synth. Coll. ")、第V巻、111頁(1973年)〕。

多数の0-フェニル誘導体は市販されているか又は文献公知の方法により生成することができる。例えば、3,4-ジアミノトルエン、3,4-ジアミノアニソール、3,4-ジアミノフェネトール、3,4-ジアミノ0-キシレン、4,5-ジアミノ0-キシレン又は4,5-ジアミノニベラトロール〔例えば (J. Ehrlich) 及び (T. M. Bogert) 共著、("J. Org. Chem.")、12巻、522頁(1947年)参照〕を使用することができる。本発明によるキノキサリンはエタノール性溶液中で塩化水素触媒を用いて又は酢酸溶液中で付加的な触媒なしに生成すること

ができる。反応は還流条件下に実施しかつ一般に約3時間ではほぼ定量的収率で完結する。濃黄色の生成物の場合によりアルカリ性に調整されている水中で沈殿させることにより単離する。それらはアルコール/水-混合物から再結晶して精製する。

前記一般式に相当する本発明によるキノキサリンは西ドイツ特許第1254469号明細書(=英国特許第1004461号明細書)から公知の化合物よりもはるかに高い感光性を示し予想外である。キノキサリン環の2位及び3位の少なくとも2個のジアルキルアミノフェニル基と5-,6-又は7位の少なくとも1個の電子供与アルキル基又はアルコキシ基との相互作用が光導電体の高い感光度を達成するのに必要であるのは驚異的であつた。

$R_1$ ,  $R_2$  及び  $R_3$  が相互に同じか又は異なっており、それぞれが水素、メチル、メトキシ又はエトキシを表わし、その際に  $R_1$ ,  $R_2$  及び  $R_3$  のうち2個以下が同時に水素、メチル、メトキシ

又はエトキシを表わす前記一般式のキノキサリンが殊に有利であることが明らかになつた。

更に、電子写真プロセス及び印刷及びコピー挙動に重要である本発明によるキノキサリンの他のパラメータが不利に作用せず、反対に高度な要求を満たす性質を有することも驚異的であつた。

例えば、前記一般式に相当するキノキサリン誘導体を含有する光導電性層は、帯電後に暗所に貯蔵する場合に非常に僅かな電位降下を示すだけである。これは、多くの光導電性物質に関しては、例えばジアルキルアミノ又は類縁の電子供与置換基のような電子写真活性な置換基を有する分子の過剰帯電によりしばしば高い暗放電が起ることが知られているから驚くべきことである。

それと同時に、本発明による電子写真記録材料を露光する際に迅速で全く完全な放電が起るので、層の露光区域と未露光区域との間に著しく高い電位差が生じ、かつ微粒子状のトナー物

質で現像後には完全に鮮鋭な高度に解像された原稿の複写が得られ、全く微細な像要素をも正確に再現する。

本発明によるキノキサリン及びそれを含有する記録材料により達成される優れた性質のために、他の興味深い適用分野は液体現像液を使用するプロセス又は相応して増感する場合にはレーザ照射である。

例えば、前記一般式のキノキサリン誘導体を含む記録材料の他の有利な性質は、その迅速な帯電性、高い帯電容量及び多種多様の組成の重合体との優れた相容性であり、その際に本発明のキノキサリンの低い結晶化傾向により、必要な場合にはキノキサリン95%までの量を使用することができ、その際にも結晶化傾向は認められない。

本発明によるキノキサリンは他の有機又は無機の光導電体とも良好な相容性を有し、それ故これらのキノキサリン数種の混合物を使用し得るばかりでなく、キノキサリンと若干のものは

優れた電子写真特性を有する他の化合物との混合物を使用することもできる。

本発明によるキノキサリンを含有する電子写真記録材料はポジチブにもネガチブにも帯電させることができる。

最後に、粘性試験により本発明によるキノキサリンが生理学的に申し分のないものであることが判明し、このことは環境保護の点でとりわけ重要である。

本発明のキノキサリンは常用の溶剤中で直ちに可溶性である。それ故、光導電体は被覆溶液に使用することのできる溶剤又は次の処理過程で使用される化学薬品に対して特別な制限を有しておらず、従つてその選択は広範にその環境安全性という観点で行なうことができる。

本発明によるキノキサリンはフィルム形成性を有するが、機械的に抵抗性の記録材料を得るために有機重合体と混合することは有利である。

好適な結合剤の選択はそのフィルム形成性ばかりでなく、アルカリ性媒体中での可溶性、電

氣的挙動及び導電性支持体に対する接着性、プリント数、生理的安全性のような他の性質によつても決定する。酸又は有利にアルカリを添加した水性又はアルコール性溶剤中で可溶性である結合剤が特に好適である。十分なアルカリ可溶性の高分子黏結合剤を使用すると有利である。アルカリ可溶性は例えば酸アンヒドリド基、カルボキシル基、フェノール性及び脂肪族性ヒドロキシル基、スルホン酸基、スルホンアミド基又はスルホンイミド基か又は電子吸引基により活性化されたウレタン基のような特定の基により達成される。

酸アンヒドリド基、部分エステル化酸アンヒドリド基、カルボキシル基を含有する共重合体及びフェノール樹脂は、印刷分野の感光性層の製造に殊に適当である。

殊に適当な重合体の例は次の通りである：ステレン又は置換ステレンと無水マレイン酸との共重合体、ステレン又は置換ステレンと部分エステル化無水マレイン酸との共重合体、アクリ

ル酸、メタクリル酸及びアクリル酸エステルの共重合体並びに遊離ヒドロキシル基を含有するポリビニルアセタールとスルホニルイソシアネートの反応生成物。

フェノール性樹脂を結合剤として使用する場合、ヒドロキシステレン又はノボラック樹脂のホモ-又は共重合体が優れており、例えば後者はフェノール又はクレゾールとホルムアルデヒドとの縮合により生成することができる。

本発明のキノキサリンのフィルム形成性故に、結合剤の量は、光導電性物質の結晶化又は滲出なしに広範に変動させることができる。重合体と光導電体の重量比が1:20~4:1の間で変動する実施形が優れている。比が1:2~2:1である場合に最良の結果が達成される。それ故、光導電体の量は光導電体層の重量に対して20~95重量%で変動する。

本発明の電子写真記録材料がそれ自体光導電性であるが、可視光線に対する感光性は増感染

料を添加することにより著しく高めることができる。

好適な増感染料の例はトリフェニルメタン染料例えばマラカイトグリーン(C. I. 42000)、ブリリアントグリーン(C. I. 42040)、クリスタルバイオレット(C. I. 42555)等、チアジン染料、例えばメチレンブルー(C. I. 52015)、メチレングリーン(C. I. 52020)等、オキサジン染料、例えばカプリルブルー(C. I. 48035)等、アストラゾン染料、例えばアストラゾンイエロー3GL(C. I. 48035)、アストラゾンオレンジR(C. I. 48040)、アストラゾンレッド(C. I. 48020)等、シアニン染料、例えばアイゼンアストラフロキシンFF(C. I. 48070)等、キサンテン染料、例えばローダミンFB(C. I. 45170)等、ピリリウム又はベンゾピリリウム染料並びに好適なこれらの染料の組合せ物である。

更に、これらのマトリックス中に可溶性であ

るインジゴイド染料、キナクリドン染料及びアゾ染料を使用することができる。

殊に優れている増感染料はアストラゾンオレンジR (C. I. 48040)、ローダミンFB (C. I. 45170) 及びプリリアントグリーン (C. I. 42040) であり、これらを単独で又は混合物として使用することができる。

光導電層に添加することのできる増感染料の量は約0.01~30%で変えることができる。使用する光導電体の重量に対して<sup>して</sup>1~5%が有利である。

本発明の電子写真記録材料に好適な支持体は親水性表面を有する導電性フィルム又は金属シート、例えば導電性の紙、アルミニウム又は亜鉛の箔及びシート、銅/アルミニウムシート、クロム/銅シート等のような多種金属シート、又はメッキするか又は蒸着による金属皮膜を有するプラスチックフィルムである。

殊に優れている層支持体は、表面を親水性にするために前処理したアルミニウムのシート又は箔である。

られた均質な溶液を層支持体に施しかつ乾燥させる。乾燥した層の重量は1~200g/m<sup>2</sup>、殊に2~15g/m<sup>2</sup>である。

前記の成分の均質な溶液を生成するのに好適である溶剤にはアルコール、ケトン、エーテルアルコール、エーテル及びエステルが包含され、殊に使用する溶剤の沸点は150℃より低く、溶剤は生理的に申し分のないものでなければならない。

本発明による電子写真記録材料を平版印刷版を製造するのに使用する場合、被覆したアルミニウム箔をコロナ放電により帯電させ、かつ例えばスクリーン露光、密着露光又はレーザ露光により露光する。層上に形成された潜像を微粒子トナーで処理し、生成するトナー像を定着させかつ次の皮膜除去過程でトナーを含まない層区域を除去すると印刷原稿が得られる。

得られた印刷原稿は、層支持体表面が露出した区域で親水性であり、トナーが感光層に接合している区域で親油性である。それ故、印刷原

稿は箔である。

このために、露出しローラ掛けしたアルミニウムシートを機械的なブラシ掛け又は電気化学的手段により粗面化し、場合によりアルカリ性又は酸性媒体中でエッチングし、好適な酸中で陽極酸化しかつ最後にシリケート又はポリビニルホスホン酸で処理して親水性にする。これらの処理工程は層支持体の表面を親水性にするばかりでなく、支持体の表面上に形成する電子写真層との不所望な不利な反応の発性を阻止する。

所望の場合には、例えば光導電材料の接着性を改良するために、層支持体と光導電層との間に中間層を施すことができる。光導電層を上層で被覆することもでき、この上層は層分離工程で溶解除去し、この上層により光導電層の静電特性が場合により改良されかつ層自体が機械的作用から保護される。

電子写真記録層は、好適な溶剤又は溶剤混合物中に結合剤、光導電体、増感剤及び付加物を溶かすことにより生成する。このようにして得

られた均質な溶液を層支持体に施しかつ乾燥させる。乾燥した層の重量は1~200g/m<sup>2</sup>、殊に2~15g/m<sup>2</sup>である。

本発明による電子写真記録材料はキノンジアジド化合物のような好適な添加物により変性することができ、それにより全体的な露光後にトナー像の形成に続いて非画像区域の可溶性の改良が惹起される。

光導電層中に含有されてより他の常用の添加物は均展剤、可塑剤又は接着促進剤である。

本発明による電子写真記録材料を高い感光性、良好な解像性、インキ受容性及び高い刷数の印刷版の製造に使うと有利である。本発明による記録材料はエッチレジストの製造にも好適である。





## 実施例

次に、本発明を実施例により詳説するが、これに限定されるものではない。次の表1には本発明による優れたキノキサリン化合物I～IVの式を示し、表2には前記の技術文献（西ドイツ特許第1254469号明細書、英国特許第1004461号明細書）に挙げられている若干のキノキサリン（V～VII）を示し、それらを比較する。

表1

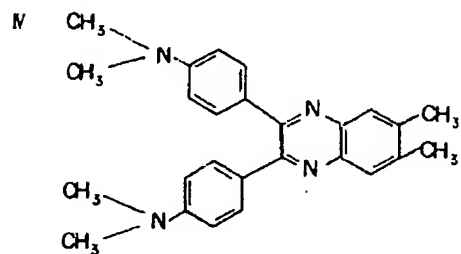
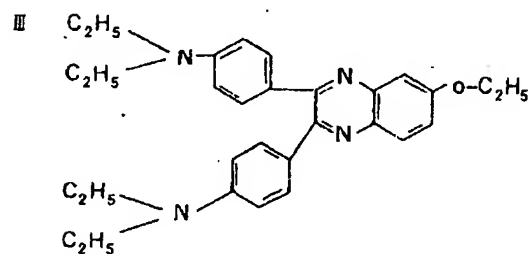
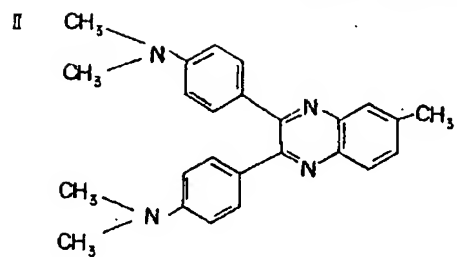
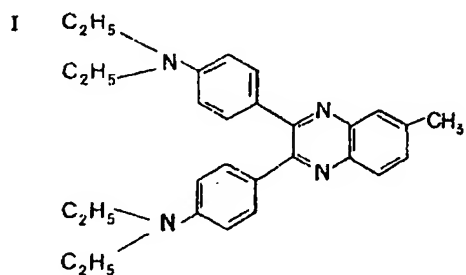
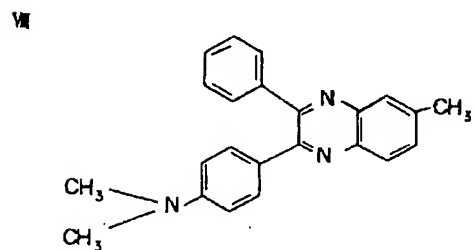
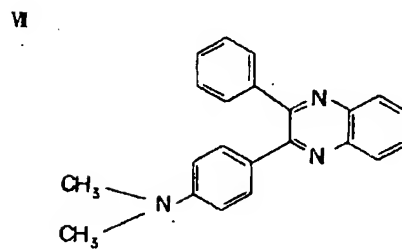
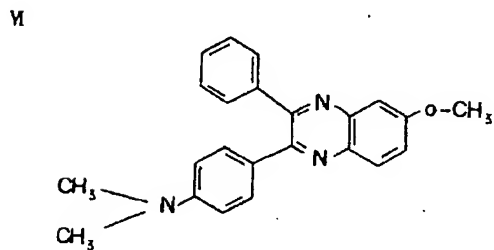
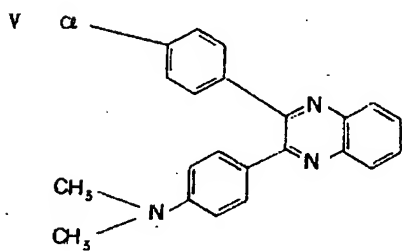


表2



これらの化合物のデータは次の通りである。

化合物	融点(°C)	C	H	N	Cl
I	142-143.5	79.4 計算値	7.8 計算値	12.8 計算値	
II	163-164	79.7 計算値	7.8 計算値	12.8 計算値	
III	112-113	78.5 計算値	6.9 計算値	14.7 計算値	
IV	112-113	78.4 計算値	6.9 計算値	14.7 計算値	
V	196-197	76.9 計算値	7.7 計算値	11.9 計算値	
VI	185-186	77.1 計算値	7.8 計算値	12.0 計算値	
VII	185-189 (異性体混合物)	78.7 計算値	7.1 計算値	14.2 計算値	
VIII	123	78.8 計算値	7.0 計算値	14.1 計算値	9.9
IX	140-155 (異性体混合物)	73.4 計算値	5.0 計算値	11.7 計算値	9.6
X		73.8 計算値	5.1 計算値	11.5 計算値	
XI		77.7 計算値	5.9 計算値	11.8 計算値	
XII		77.4 計算値	5.9 計算値	11.8 計算値	
XIII		81.2 計算値	5.9 計算値	12.9 計算値	
XIV		81.0 計算値	5.9 計算値	12.7 計算値	
XV		81.4 計算値	6.2 計算値	12.4 計算値	
XVI		81.1 計算値	6.4 計算値	12.6 計算値	

ンプ10個により14秒間露光する。使用するオリジナルは通常のテストエレメントを含有するマウンティングフラットである。

露光により生成した潜像を市販のドライトナーで現像しかつ熱的に定着させる。無階調であるオリジナルのクリーンで鮮鋭な画像が得られる。

印刷版を製造するに当り、光導電層上に定着したトナー像を担持するアルミニウム箔を皮膜除去溶液を含有する容器中に浸漬する。皮膜除去溶液はグリセロール250g中に珪酸ナトリウム50gを溶解しかつこの溶液をエチレングリコール390g及びメタノール310gで希釈することにより得られた。この現像した印刷版を用いて枚葉紙オフセット印刷機で数千枚の完全な印刷物が得られる。

## 例2

例1に記載したように生成した電子写真記録材料をダインテスト(Dyntast)装置で試験する。この装置で使用する白熱電球は温度2300

## 例1

電気化学的に粗面化しかつポリビニルホスホン酸で後処理した厚さ0.3mmのアルミニウム箔をドクターブレードを用いて、次の成分：

テトラヒドロフラン 220.0g

エチレングリコールモノメチルエーテル 140.0g及び

酢酸ナチル 44.0g中の

平均分子量80000を有するスチレン

と無水マレイン酸との共重合体 30.0g

2,3-ビス(4'-ジエチルアミノフェニル)-8-エトキシキノキサリン(化

合物III) 23.0g

ローダミンFB(C.I.45170) 0.1g及び

アストラゾンオレンジR(C.I.48

040) 0.6g

の被覆溶液で、溶剤混合物の蒸発後に重量5.2g/m<sup>2</sup>を有する光導電層が得られるように塗布する。

コロナにより、層を-450Vに帯電させかつ電子複写カメラで各々600Wのハロゲンラ

Kを有する。層を-500Vに帯電させかつ暗所での放電を記録する。1分後に残留電位U<sub>D</sub>は-402V=80.4%である。

この層を-500Vに帯電させかつ露光する際に、1分後に測定した残留電位U<sub>H</sub>は-3V=0.6%である。12秒後に、E<sub>1/10</sub>=-50Vに放電している。半値感度E<sub>1/2</sub>は11.5μJ/cm<sup>2</sup>である。

## 比較例

次の例において層の組成は例1と同様であるが、但し例1で使用した本発明によるキノキサリンを表2に記載の化合物に代える。生じる層は重量5.0~5.3g/m<sup>2</sup>を有する。得られた層について例2に記載したようにして試験する。

A 光導電体：2-(4'-ジメチルアミノフェニル)-3-(4'-クロロフェニル)-キノキサリン(化合物V)

帯電：-500V

1分後の残留電位U<sub>D</sub>：-418V=83.6%

1分後の残留電位U<sub>H</sub>：-85V=17.0%

半値感度  $E_{1/2}$ : 33.6  $\mu\text{J}/\text{cm}$ 

B 光導電体: 2-(4'-ジメチルアミノフェニル)-3-フェニル-6-メトキシキノキサリン(化合物VI)

帯電: -500V

1分後の残留電位  $U_D$ : -405V=81.0%1分後の残留電位  $U_H$ : -71V=14.0%半値感度  $E_{1/2}$ : 30.0  $\mu\text{J}/\text{cm}$ 

C 光導電体: 2-(4'-ジメチルアミノフェニル)-3-フェニル-キノキサリン(化合物VII)

帯電: -500V

1分後の残留電位  $U_D$ : -458V=91.6%1分後の残留電位  $U_H$ : -68V=13.5%半値感度  $E_{1/2}$ : 26.6  $\mu\text{J}/\text{cm}$ 

D 光導電体: 2-(4'-ジメチルアミノフェニル)-3-フェニル-6-メチル-キノキサリン(化合物VIII)

帯電: -500V

1分後の残留電位  $U_D$ : -463V=92.5%1分後の残留電位  $U_H$ : -61V=12.2%半値感度  $E_{1/2}$ : 32.8  $\mu\text{J}/\text{cm}$ 

## 例3

被覆溶液を例1に記載したように生成するが、例1の光導電体の代りに化合物2, 3-ビス(4'-ジメチルアミノフェニル)-6-メチルキノキサリン(化合物II)を使用する。ドクタープレートを用いて、電気化学的に粗面化しかつポリビニルホスホン酸で後処理したアルミニウム箔にその溶液を施し、その際に乾燥層重量5.9  $\text{g}/\text{m}^2$ が得られる。この材料を例2に記載したように試験する。

帯電: -500V

1分後の残留電位  $U_D$ : -445V=89.0%1分後の残留電位  $U_H$ : -11V=2.2%半値感度  $E_{1/2}$ : 10.8  $\mu\text{J}/\text{cm}$ 

## 例5

次の組成:

テトラヒドロフラン 220.0  $\text{g}$ エチレングリコールモノメチルエーテル 140.0  $\text{g}$  及び酢酸ブチル 44.0  $\text{g}$  中の

平均分子量80000を有しかつビニルブ

チラール単位71重量%、ビニルアルコール

単位27重量%及び酢酸ビニル単位2重

量%を含有するポリビニルブチラールと酸

価158のプロペニルスルホンイソシア

ネートとの反応生成物 30.0  $\text{g}$ 2,3-ビス(4'-ジエチルアミノフェニル)-6-メチルキノキサリン(化合物I) 23.0  $\text{g}$ 

より成る被覆溶液を例1に記載したように、乾燥層重量6.0  $\text{g}/\text{m}^2$ が得られるようにアルミニウム箔に施す。層を例2に記載したように試験すると、次の結果が得られる:

帯電: -500V

1分後の残留電位  $U_D$ : -407V=81.4%1分後の残留電位  $U_H$ : -5V=1.0%半値感度  $E_{1/2}$ : 12.0  $\mu\text{J}/\text{cm}$ 

## 例6

次の組成:

テトラヒドロフラン 125.0  $\text{g}$ エチレングリコールモノメチルエーテル 80.0  $\text{g}$  及び酢酸ブチル 25.0  $\text{g}$  中のスチレンと無水マレイン酸との共重合体 25.0  $\text{g}$ 2,3-ビス(4'-ジエチルアミノフェニル)-6-メチルキノキサリン(化合物I) 17.5  $\text{g}$ 

アストラゾンオレンジR(C.I. 48

040) 0.4  $\text{g}$ 

アリリアントグリーン(C.I. 420

40) 0.2  $\text{g}$ 

の被覆溶液を、電気化学的に粗面化しかつポリビニルホスホン酸で後処理したアルミニウム箔に乾燥層重量6.1  $\text{g}/\text{m}^2$ が得られるように施す。

例2による試験で次の結果が得られる:

帯電: -500V

1分後の残留電位  $U_D$ : -355V=71.0%1分後の残留電位  $U_H$ : -2V=0.4%半値感度  $E_{1/2}$ : 7.5  $\mu\text{J}/\text{cm}$ 

## 例7

被覆組成は例1と同じであるが、但し光導電

体(化合物Ⅲ)4.24g及び共重合体10.8g  
を使用する。得られた電子写真層は乾燥層重量  
6.5g/cm<sup>2</sup>を有する。光導電体は結晶化しない。  
例2による試験により次の結果が得られる:

帯電: -500V

1分後の残留電位  $U_D$ : -445V=89.0%

1分後の残留電位  $U_H$ : 実質的に0

半値感度  $E_{1/2}$ : 8.0  $\mu J/cm^2$

例8

2,3-ビス(4'-ジメチルアミノフェニル)  
)-6,7-ジメチルキノキサリン(化合物Ⅳ)  
の生成:

酢酸100ml中の4,4'-ビス-ジメチルア  
ミノベンジル14.8g及び4,5-ジメチル-  
o-フェニレンジアミン7.5gを3時間還流加  
熱する。

暗色の溶液を冷却させかつ氷水中に注ぐ。混  
合物を十分に攪拌しかつ黄色沈殿を吸引により  
除去する。乾燥後、エタノールからの再結晶を  
実施する。

濃黄色の針状物の収量: 18.2g=理論量の  
92%

融点: 196~197℃

代理人 弁理士 矢野敏雄  
(ほか1名)



1/7/1

DIALOG(R)File 351: Derwent WPI

(c) 2007 The Thomson Corporation. All rights reserved.

0003537780

WPI Acc no: 1985-317581/198551

XRAM Acc no: C1985-137179

XRPX Acc No: N1985-236027

**New 2,3-bisdialkyl-aminophenyl quinoxaline cpds. - with low residual potential and good contrast in electrophotography, useful as photoconductors**

Patent Assignee: HOECHST AG (FARH)

Inventor: PAWLOWSKI G

Patent Family ( 6 patents, 4 countries )

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Update	Type
DE 3420039	A	19851212	DE 3420039	A	19840529	198551	B
EP 166230	A	19860102	EP 1985106442	A	19850524	198602	E
JP 60258169	A	19851220	JP 1985113333	A	19850528	198606	E
EP 166230	B	19880406	EP 1985106442	A	19850524	198814	E
DE 3562091	G	19880511	DE 3420039	A	19840529	198820	E
US 4760006	A	19880726	US 1985739024	A	19850529	198832	E

Priority Applications (no., kind, date): DE 3420039 A 19840529

Patent Details

Patent Number	Kind	Lan	Pgs	Draw	Filing Notes
DE 3420039	A	DE	28	0	
EP 166230	A	DE			
Regional Designated States,Original		DE FR GB			
EP 166230	B	DE			
Regional Designated States,Original		DE FR GB			

**Alerting Abstract DE A**

New 2,3-bis(dialkylaminophenyl)quinoxalines are of formula (I): R = 1-4C alkyl; R1 = H or 1-4C alkyl; R3 = 1-4C alkyl or alkoxy; R3 = H or 1-4C alkyl or alkoxy; R1, R2 and R3 can be the same or different.

USE/ADVANTAGE - (I) are claimed for use as photoconductors in electrophotographic recording material, pref. in an amt. of 20-95 wt.% in conjunction with alkali-soluble binders and sensitising dyestuffs and/or in a mixt. with other (in)organic photoconductor(s). These materials are esp. useful for lithographic printing or resists. (I) have good photoconductivity and give intensive contrast. The alkyl or alkoxy substits. in the carbocyclic ring give low residual potential and good contrast, without detriment to the other electrophotographic properties, e.g. dark discharge, or printing properties. (I) can be charged negatively and positively; are physiologically harmless; and are very readily soluble in conventional solvents.

#### Equivalent Alerting Abstract US A

2,3-Bis(dialkylaminophenyl) quinoxaline cpds. of formula (I) are new. In the formula, R is 1-4C alkyl; R1 is H or 1-4C alkyl; R2 is 1-4C alkyl or alkoxy; and R3 is H, 1-4C alkyl or alkoxy. Pref. R is (m) ethyl; R1 is H or methyl; R2 is (m)ethyl or (m)ethoxy; and R3 is H, methyl or methoxy.

USE/ADVANTAGE - As photoconductors in electrophotographic materials. Higher sensitivity to light and higher image contrast are obttd.. (7pp)

**Title Terms /Index Terms/Additional Words:** NEW; DI; ALKYL; AMINOPHENYL; QUINOXALINE; COMPOUND; LOW; RESIDUE; POTENTIAL; CONTRAST; ELECTROPHOTOGRAPHIC; USEFUL; PHOTOCONDUCTOR

#### Class Codes

##### International Patent Classification

IPC	Class Level	Scope	Position	Status	Version Date
H01L-021/30			Secondary		"Version 7<
C07D-0241/42	A	I		R	20060101
C07D-0241/44	A	I	L	R	20060101
G03G-0013/26	A	I	L	R	20060101
G03G-0005/06	A	I		R	20060101
H01L-0021/027	A	I	L	R	20060101
C07D-0241/00	C	I		R	20060101
G03G-0013/26	C	I	L	R	20060101
G03G-0005/06	C	I		R	20060101
H01L-0021/02	C	I	L	R	20060101

US Classification, Issued: 430078000, 430031000, 430049000, 430069000, 544353000

File Segment: CPI; EngPI; EPI

DWPI Class: E13; G08; S06; U11; P84

Manual Codes (EPI/S-X): S06-A01A1; S06-C02; U11-A06

Manual Codes (CPI/A-N): E06-D06; G05-A01; G06-D02; G06-D04; G06-D05; G06-F06